

Союз Советских
Социалистических
Республик



Государственный комитет
Совета Министров СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 447401

8

(61) Зависимое от авт. свидетельства

(22) Заявано 28.02.73(21) I888I57/23-4

(51) М. Кл.

с присоединением заявки -

(32) Приоритет -

Опубликовано 25.10.74 Бюллетень № 39

С 070 103/16

Дата опубликования описания 15.12.74

(53) УДК 547.298.1
(088.8)

(72) Авторы
изобретения

М.С.Машевская, П.А.Петинин, В.С.Залесов, Э.Г.Караваева

(71) Заявитель Пермский государственный фармацевтический институт

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ АМИДОВ ГЛИКОЛЕВЫХ КИСЛОТ

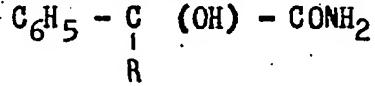
1

Изобретение относится к технологии получения амидов карбоновых кислот, а именно к способу получения амидов гликолевых кислот, которые могут найти применение как биологически активные соединения.

Известен способ получения амидов гликолевых кислот пиролизом их аммонийных солей. Выход целевого продукта составляет 30-40%.

Цель изобретения - упрощение технологического процесса и увеличение целевого продукта.

Сущность предложенного способа получения амидов гликолевых кислот общей формулы I



где R - арил или алкил, состоит в том, что амид миндальной кислоты окисляют хромовым ангидридом в уксусной кислой среде при 60-70°C, по-

лученный при этом амид бензоилмурьяниной кислоты обрабатывают арил- или алкилмагнийгалогенидом с последующим выделением целевого продукта известным приемом. В результате упрощается технология получения и повышается выход целевого продукта до 80-85%, а также расширяется число соединений данного класса.

Пример 1. Амид дифенилгликолевой (бензиловой) кислоты (I), где R = C₆H₅

Раствор 0,05 моль амида, бензоилмурьяниной кислоты в 30 мл абсолютного эфира прибавляют к 15 моль бромистого фенилмагния, реакционную смесь нагревают в течение 1 часа, разлагают 10%-ным раствором соляной кислоты, эфирный слой отделяют, обрабатывают водяным паром, остаток кристаллизуют из подходящего растворителя (спирт, бензоль, петролейный эфир).

Выход 77%, т.п. 152-153°C (по

2

BEST AVAILABLE COPY

литературным данным т.пл. 154°C.

Пример 2. Амид метилфенилгликолевой кислоты (I),

где R = CH_3

Реакцию проводят аналогично примеру 1, выход 78%, т.пл. 99-100°C (петролейный эфир).

Найдено, %: N 8,20; 8,15

$\text{C}_9\text{H}_{11}\text{NO}_2$

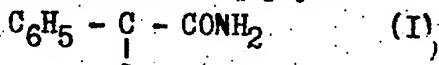
Вычислено, %: N 8,48.

ИК-спектр 3617, 3533 cm^{-1} (ОН-свободный и вовлеченный во внутримолекулярную водородную связь); 3480, 3413 cm^{-1} - полоса амидной и свободной NH_2 группы.

Соединения, представленные в таблице, получают аналогично.

ПРЕДМЕТ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Способ получения амидов гликолевых кислот общей формулы



5

R

где R - арил или алкил, отличающийся тем, что, с целью упрощения технологического процесса и увеличения выхода целевого продукта, амид миндальной кислоты окисляют хромовым ангидрилом в уксусной кислотной среде при 60-70°C и полученный при этом амид бензоилмуравьиной кислоты обрабатывают арил- или алкилмагнийгалогенидом с последующим выделением целевого продукта известным приемом.

10

15

20

Составитель Г. Мигачев

Редактор Загребельная Техред Н. Сенина Корректоры: М. Рогова

Заказ 671

Изд. № 701

Тираж 506

Подписано

ЦНИИПП Государственного комитета Совета Министров СССР
по делам изобретений и открытий
Москва, 113035, Рауловская наб., 4

Предприятие «Патент», Москва, Г-59, Бережковская наб., 24

R	Выход, %	Температура плавления, °С	Найдено, %	Брутто-формула		Вычислено N, %	ИК-спектры, см ⁻¹
				Найдено, %	Вычислено N, %		
C ₅ H ₁₁ =H	78	91-92	6,10-6,15	C ₁₃ H ₁₉ N ₀ ₂	6,33	3617,3533,3480,3416	
C ₅ H ₁₁ =NO	60	89-90	6,02-6,08	C ₁₃ H ₁₉ N ₀ ₂	6,33	3617,3533,3480,3416	
C ₆ H ₁₃ =H	80	116-117	5,80-5,82	C ₁₄ H ₂₁ N ₀ ₂	6,02	3617,3533,3480,3416	
C ₇ H ₁₅ =H	72	94-95	5,40-5,49	C ₁₅ H ₂₃ N ₀ ₂	5,62	3617,3533,3480,3417	
C ₈ H ₁₇ =H	70	97-98	5,04-5,15	C ₁₆ H ₂₅ N ₀ ₂	5,32	3616,3533,3480,3413	
C ₉ H ₁₉ =H	68	85-87	4,92-4,87	C ₁₇ H ₂₇ N ₀ ₂	5,05	3616,3533,3480,3413	
C ₁₀ H ₂₁ =H	64	78-79	4,60-4,72	C ₁₈ H ₂₉ N ₀ ₂	4,81	3616,3533,3480,3413	

*)

Инфракрасные спектры были сняты с призмой LiF в концентрации 0,01 М в растворе СС 4

НЕЗАМЕЩЕННЫЕ АМДЫ ПРИКОЛЕВЫХ КИСЛОТ $C_6H_5CH(OH) - CONH_2$

R	Выход, %	Температура, °C	Найдено, %	Брутто-		Вычислено, %	AH=спектр, см ⁻¹
				Формула	N, %		
C_6H_5	77	152-153	8,20-8,25	$C_9H_{11}N_2$	—	—	3612, 3524, 3480, 3400
CH_3	78	99-100	8,07-7,98	$C_{10}H_{13}N_2$	8,48	8,48	3617, 3533, 3480, 3413
C_2H_5	76	89-91	7,23-7,01	$C_{11}H_{15}N_2$	7,82	7,82	3617, 3533, 3480, 3417
C_3H_7H	86	96-97	7,00-7,05	$C_{11}H_{15}NO$	7,25	7,25	3617, 3533, 3480, 3413
C_3H_7NO	80	105-106	6,51-6,48	$C_{12}H_{17}NO_2$	6,76	6,76	3617, 3533, 3480, 3413
C_4H_9H	82	83-84	—	—	—	—	—